

ОТЗЫВ

официального оппонента Фролковой Аллы Константиновны на диссертационную работу Панкрушиной Аллы Вадимовны «Моделирование процессов в сложных ректификационных комплексах при разработке технологии разделения кремнийорганических продуктов», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальностям 05.17.04. Технология органических веществ и 05.13.18. Математическое моделирование, численные методы и комплексы программ

Эффективность современных технологий получения органических, в том числе кремнийорганических, веществ в значительной степени определяется энергозатратами на осуществление процессов разделения реакционных смесей с получением линейки продуктов заданного качества и ассортимента. Широко применяемым процессом в различных химических производствах, несмотря на значительную энергоемкость, остается ректификация. В настоящее время актуальными являются исследования, направленные на поиск путей снижения эксплуатационных и капитальных затрат на стадии разделения сложных смесей за счет оптимизации структуры схем разделения и использования сложных колонн с внутренними перегородками. Ценность результатов исследований повышается при их использовании для решения практической технологической задачи, что и определяет **актуальность диссертации** Панкрушиной А.В., посвященной разработке технологии разделения смеси этилхлорсиланов с использованием современного программного комплекса ChemCad.

Научная новизна диссертационной работы Панкрушиной А.В. состоит в следующем: разработана экспресс-методика и алгоритм выбора структуры схемы четкой ректификации с минимальными энергозатратами, базирующаяся на уравнениях материального, теплового баланса и уравнении Фенске-Андервуда;

получены новые данные по разбиению концентрационного симплекса восьми тройных систем на области энергоэффективности схем с прямой, непрямой, симметричной последовательностью колонн;

предложен метод синтеза технологических схем ректификации, включающих колонны с внутренними разделительными стенками, который реализован при модернизации технологии разделения смеси этилхлорсиланов.

Практическая значимость диссертационной работы:

показана возможность существенного сокращения капитальных и энергетических затрат при непрерывном разделении смеси этилхлорсиланов за счет использования ректификационных колонн с центральной и верхней внутренними перегородками;

определены статические параметры работы колонн, которые могут быть использованы на предпроектной стадии разработки технологии;

на базе предложенных критериальных уравнений создан пакет прикладных программ, позволяющих определять порядок ректификационного разделения зеотропной смеси, которому отвечают минимальные энергозатраты;

в среде программного комплекса ChemCad разработана процедура расчета сложных ректификационных колонн с внутренними разделительными стенками, а также расчета динамических режимов работы колонн.

Диссертация Панкрушиной А.В. состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и двух приложений. Библиография включает 64 наименования. Работа изложена на 222 страницах печатного текста, содержит 96 рисунков и 53 таблицы.

В первой главе представлен обзор существующих технологий получения кремнийорганических продуктов. Подробно рассмотрены прямой метод синтеза и существующие схемы первичного разделения смеси этилхлорсиланов. Значительное внимание уделено проблеме повышения энергоэффективности процесса ректификации, в том числе за счет использования комплексов со связанными тепловыми и материальными потоками, колонн с внутренними разделительными стенками. Проведен анализ возможностей различных пакетов моделирующих программ для решения химико-технологических задач. На основании обзора научно-технической литературы диссертант сформулировал цель и задачи исследования. Анализ современных программных комплексов позволил выбрать в качестве средства решения поставленных задач программное средство ChemCAD.

Вторая глава посвящена разработке критериев первоначального отбора схем разделения тройных зеотропных смесей конкретного состава, ориентированных на первое, второе и промежуточные заданные разделения. Для обозначения этих режимов автор использует перевод понятий, принятых в англоязычной научной литературе: прямая (ППК), непрямая (НПК), симметричная (СПК) последовательность колонн. Не совсем понятно, что подразумевается под симметричной последовательностью колонн, особенно при разделении многокомпонентных смесей.

В главе по существу речь идет о разбиении концентрационного треугольника на области энергетического преимущества трех структур схем разделения по значениям предложенных критериев. Их определение, в свою очередь, базируется на уравнениях материального, теплового балансов и уравнении Фенске-Андервуда.

Предлагаемые критериальные уравнения позволяют осуществить быстрый программный выбор между различными вариантами разделения трёхкомпонентной смеси, что является несомненным достоинством их применения на первых этапах решения задачи синтеза оптимальной схемы. Однако, говоря о преимуществах использования предложенных критериев, автор в качестве необходимого минимума информации для их оценки упоминает теплоты испарения компонентов, количество и состав исходной смеси, но почему-то забывает про флегмовое число, которое определяет энергозатраты в каждом конкретном случае. Этот важный параметр отсутствует в формулировке выводов и научной новизны.

Предложенный подход заявлен как упрощенный метод сравнения схем ректификации для условия четкого разделения смесей, который подтвержден расчетом схем с ППК, НПК, СПК с использованием ChemCAD, и продемонстрирован на примере восьми трехкомпонентных систем. Для рассмотренных смесей неассоциированных жидкостей,

представленных веществами различных классов, ошибка сравнения суммарных энергозатрат не превышает $\pm 2,5\%$ во всем диапазоне составов исходных смесей.

Все конкретные выводы проиллюстрированы в диссертации на примере одной системы этанол-пропанол-бутанол. Представлялось бы целесообразным и для других систем привести в приложении результаты расчетов ректификации (эффективность колонн, флегмовые числа), а также свойства исследуемых компонентов и смесей, в частности, температуры кипения и теплоты испарения компонентов, значения коэффициентов относительной летучести.

Предложен алгоритм выбора структуры схемы разделения трехкомпонентных зеотропных смесей методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации. Данный алгоритм позволяет определять не только порядок разделения на основе разработанных критериев, но и начальные приближения для расчета каждой колонны конкретной схемы. В дальнейшем в работе показано, что ранжирование схем по энергоэффективности схем при критериальной оценке и при расчете с использованием ChemCAD сохраняется, несмотря на отличия в абсолютных значениях суммарных тепловых нагрузок. Последнее свидетельствует о работоспособности предложенного подхода. Хотелось бы в этой части работы увидеть обобщение собственных полученных данных по определению энергетического преимущества ППК, НПК, СПК и их сравнение с результатами, представленными в литературе.

В названии второй главы упоминаются «...ректификационные колонны с внутренними разделительными стенками...», которые рассматриваются в третьей главе.

В **третьей главе** представлены результаты исследования и моделирования стационарных и нестационарных режимов работы сложных колонн с внутренними разделительными стенками (DWC). В последнее время к таким колоннам обращено внимание разработчиков ведущих исследовательских и инжиниринговых центров мира. И следует отметить смелость автора, который выбрал в качестве объектов исследования не только стационарные, но и динамические режимы функционирования колонн DWC.

В главе подробно изложены процедуры моделирования сложных колонн с внутренней разделительной стенкой, расположенной в верхней, нижней и центральной частях колонны, которые топологически эквивалентны ранее изученным схемам с ППК, НПК, СПК.

На примере трехкомпонентной зеотропной системы этанол-пропанол-бутанол были разработаны компьютерные модели для нескольких вариантов положения разделительной стенки в сложной колонне и проведены расчёты ректификации для шести составов исходной смеси. Расчет подтвердил применимость предложенных в главе 2 критериальных уравнений для выбора оптимальной последовательности разделения и для колонн с внутренней разделительной стенкой.

Для сложной колонны с центральной внутренней разделительной стенкой на основе результатов моделирования статического режима разработана компьютерная модель с ПИД-регуляторами для проведения расчётов в динамическом режиме. Найдены параметры для

восьми ПИД-регуляторов, из них шесть в составе трех каскадных контуров регулирования. Были рассмотрены режимы изменения входных параметров, связанные с резкими изменениями и периодическими колебаниями состава исходной смеси. Во всех случаях технологическая схема с системой управления процессом обеспечивает удовлетворительное соблюдение норм технологического режима.

В целом, объем главы 3 представляется неоправданно завышенным. Возможно, было бы логичным выделить результаты моделирования динамических режимов в отдельную главу. Характер изложения материала в главе 3 соответствует методическому пособию или инструкции пользователя. Трудно выделить в этой части научную составляющую, поскольку речь чаще всего идет только о демонстрации отдельных процедур. Не очень удачно использование рисунков из программного комплекса ChemCAD (обозначения потоков не раскрыты и носят вспомогательный характер, рисунки разные по стилю и разного размера). Нет ссылок в тексте на рис. 3.18-3.20 и отсутствуют комментарии к ним. По значительной части работы, посвященной моделированию статических режимов колонн DWC, сделан только один вывод.

В четвёртой главе на основе ранее сформулированных выводов успешно решена практическая задача модернизации схемы разделения смеси этилхлорсиланов (ЭХС).

На основе разработанного алгоритма с использованием программы на языке MATLAB, созданной при участии автора и получившей государственную регистрацию, определен оптимальный порядок разделения. Разделение исходной смеси осуществлялось в два этапа. Вначале на трех линейных схемах (с прямой, не прямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн) исходную смесь разделяли на три фракции: легкую, среднюю и тяжелую, а затем также на трех колоннах разделяли среднюю фракцию на три целевых продукта: этилдихлорсилан (ЭДХС), этилтрихлорсилан (ЭТХС), диэтилдихлорсилан (ДЭДХС). Для того, чтобы оценить применимость разработанной методики определения оптимального порядка разделения смеси ЭХС, на первом этапе выполнено компьютерное моделирование двух известных схем разделения смеси этилхлорсиланов (последовательной и параллельно-последовательной) и проведено сравнение предложенных вариантов с ними

Смесь ЭХС кроме целевых компонентов содержит ряд среднекипящих примесей, количество которых не является постоянным и зависит от условий проведения синтеза ЭХС и качества используемого сырья. Выявлено влияние доли ЭТХС в дистилляте первой колонны комплекса с СПК на суммарную энергетическую нагрузку комплекса. При каждой новой величине доли была оптимизирована по высоте колонн вся схема.

Рассмотрение всех возможных вариантов разделения смеси ЭХС показало, что наименьшие энергозатраты на разделение смеси соответствуют тому порядку разделения, которой был определен с помощью алгоритма выбора последовательности разделения, описанного во второй главе. Это подтверждает применимость разработанного алгоритма на языке MATLAB для определения порядка разделения многокомпонентных смесей.

Выполнено моделирование двух сложных колонн с разделительной стенкой, расположенной в средней (разделение исходной смеси на фракции) и верхней частях (разделение средней фракции на целевые компоненты: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан).

При сравнении с двумя известными схемами разделения смеси этилхлорсиланов (последовательной и параллельно-последовательной) показаны существенные преимущества предложенных технологических решений. Суммарная энергетика двух колонн DWC на *31,77% меньше энергетике схемы с параллельно-последовательным разделением и на 28,9% меньше энергетике схемы с последовательным разделением.*

Использование сложных колонн для разделения смеси этилхлорсиланов позволяет снизить общие энергетические затраты не менее, чем на 25%, и уменьшить вдвое число ректификационных колонн.

Заключение к диссертационной работе корректно отражает полученные результаты, достоверность которых не вызывает сомнения.

По результатам работы опубликованы 13 научных трудов, в том числе 5 - в журналах, рекомендованных ВАК, 6 - тезисов докладов на конференциях, получено Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ, подана заявка на изобретение.

Текст автореферата и публикации в достаточной степени отражают содержание диссертации.

По диссертационной работе следует высказать ряд замечаний:

1. В списке литературы нет ссылок на публикации автора (сложно отследить личное участие автора). Отсутствуют важные публикации, в частности, на работы Теддера и Рудда (Tedder D.W., Rudd D.F. Parametric Studies in Industrial Distillation, Part I. Design Comparisons, // AIChE J (1978) v.24, N.2, p.303), в которых получены некоторые критериальные зависимости по распределению областей схем в концентрационном симплексе.

2. Отсутствует раздел, посвященный выбору объектов исследования. По какому принципу выбирались 8 систем и составы исходных систем?

3. На стр. 44 диссертации неясен вывод: «...для всех восьми исследованных систем не существует строгого разграничения областей, где можно однозначно говорить о том, что одно разделение выгоднее другого».

4. Чем определяется высокая точность (4-7 цифр после запятой) значений энергозатрат и флегмовых чисел, например, в таблицах 4.5-4.8?

5. Почему при разработке оптимального варианта схемы разделения этилхлорсиланов остановились на коэффициенте избытка флегмы 1,01? Энергетические преимущества предложенных режимов очевидны и при технологически приемлемом коэффициенте избытка флегмы 1,3.

Высказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы.

Диссертационная работа является завершенной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней»

(Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842). В ней с использованием разработанных критериев, метода компьютерного моделирования и современного программного комплекса ChemCad поставлена и решена актуальная и важная задача – создание энергоэффективной технологической схемы ректификационного разделения смеси этилхлорсиланов, включающей сложные колонны с внутренними перегородками.

Автор диссертационной работы Панкрушина Алла Вадимовна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальностям 05.17.04. Технология органических веществ и 05.13.18. Математическое моделирование, численные методы и комплексы программ

Доктор технических наук, профессор
заведующий кафедрой Химии и технологии
основного органического синтеза
Института тонких химических технологий
федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«МИРЭА - Российский технологический университет»
119571, Москва, проспект Вернадского 86
Телефон: 8(985)3105323
E-mail: frolkova@gmail.com

Фролкова Алла Константиновна
30.04.2019г.

Подпись профессора Фролковой А.К. заверяю:

Первый проректор
федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «МИРЭА –
Российский технологический университет»

Прокопов Н.И.

